[®] 公 開 特 許 公 報 (A) 平2-279662

®Int. Cl. 5	識別記号	庁内整理番号	❷公開	平成2年(1990))11月15日
C 07 C 251/48 A 01 N 35/10 37/44 41/08	·	8318-4H 8930-4H 8930-4H 8930-4H			
47/22 C 07 C 251/52 271/44 307/02	E	6779-4H 8318-4H 6761-4H 8217-4H			/ A TET
		審査請求	: 未請求 :	青求項の数 2	(全16百)

②発明の名称 オキシムエーテルおよびこれを含有する有害生物防除剤

②特 願 平1-98860

②出 願 平1(1989)4月20日

70発明者中

之神奈)

神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号 旭化成工業株

式会社内

⑪出 顋 人 旭化成工業株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

码代 理 人 弁理士 清 水 猛 外1名

明細書

- 1 発明の名称 オキシムエーテルおよびこれを含有する 有害生物防除剤
- 2 特許請求の範囲
 - (1) 一般式(1)

$$(z \cdot 0)_n \longrightarrow c \times X \qquad (1)$$

【式中、Aは水素、ヒドロキシ、メトキシ、エトキシ、ハロゲン、Xは水素、メチル、エチル、フェニル、pーフロロフェニルを表し、Yが2ーフロロエチルの場合、ZがC₁~C。のアルケニル、C₂~C。のアルケニル、C₂~C。のアルケニル、N, Nージメチルスルファモイル、N, Nージメチルスルファモイル、N, Nージメチルスルファモイル、N, Nージメチルスルファモイル、C₁~C。のアルキル、C₁~C。のハロアルキル(2ーフロロエチルは除

く)、Cェ〜C。のアルケニル、Cェ〜C。のハロアルケニル、アルコキシカルボニルメチルから選ばれる基を表わし、nは1または2を表す。〕で示されるオキシムエーテル。

(2) 請求項1 記載の一般式(I) で示されるオキシムエーテルと不活性希釈剤または担体とからなる有害生物防除剤。

3 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、新規なオキシムエーテル類およびそれ を含有する有害生物防除剤に関するものであり、さ らに詳しくは、一般式 (!)

$$(z \cdot 0)^{u} \longrightarrow c \leqslant_{N \cdot 0 \cdot \lambda}^{N \cdot 0 \cdot \lambda}$$
 (1)

(式中、Aは水素、ヒドロキシ、メトキシ、エトキシ、ハロゲン、Xは水素、メチル、エチル、フェニル、p-フロロフェニルを表し、Yが2-フロロエ

チルの場合、 2 が C 1 ~ C 4 のアルキル、 C 1 ~ C 6 のアルケニル、 C 2 ~ C 6 のアルケニル、 C 7 ~ C 7 のハロアルケニル、 フェニル、 N 1 N 一 ジメチルスルファモイル、 N 1 N 一 ジメチルカルバモイルから選ばれ、 2 が 2 ー フロロエチルの場合、 Y が水業、 C 1 ~ C 4 のアルキル (2 ー フロロエチルは は C 1 ~ C 6 のハロアルキル(2 ー フロロエチルは なく)、 C 7 ~ C 7 のアルケニル、 アルコキシカルボニルメチルから選ばれる基を表し、 n は 1 または 2 を 衷す。)で示されるオキシムエーテルと、 当該化合物を含有する有客生物肪除剤に関するものである。

(従来の技術)

展園芸作物の栽培に際し、作物の病虫客に対して多くの薬剤が使用されているが、その防除効果が不充分であつたり、薬剤抵抗性の客虫や病菌が出現し、その薬剤の使用が制限されたり、あるいは人畜魚類に対する毒性が強かったりして、必ずしも満足すべき有害生物防除剤とは言い難いものが少なくない。

(発明が解決しようとする課題)

本発明者らは、このような事情のもとに、従来の 薬剤のもつ欠点を克服し、戸外条件でも安定した効 果を示す人畜に安全に使用できる薬剤を見出すこと にある。

(課題を解決するための手段)

本発明者らは、前記の欠点に留意して多数の化合物を合成、研究を行った結果、前記一般式(!)で示される化合物群が種々の有害生物に対して優れた防除効果を示すことを見出し、本発明を完成し、ここに新規な有害生物防除剤を提供するに至った。

本発明になる化合物群は、一般式(I)

$$(z \cdot o)_n \longrightarrow c \begin{pmatrix} x \\ v \cdot o \cdot x \end{pmatrix}$$
 (1)

(式中、Aは水素、ヒドロキシ、メトキシ、エトキシ、ハロゲン、好ましくは水素、塩素を表し、Xは

従来、オキシムエーテル系有客生物防除剤については、種々の提案があり、例えば、特公昭47-17994号、特公昭51-26483号、特開昭54-141740号、特開昭59-193862号、 米国特許第4079149号および特開昭61-72733号(米国特許第4647698号)等がある。これらのうち、特開昭61-72733号には下記式

$$R - (W^{1})_{m} - (W)_{m^{1}} - (CR^{1}R^{2})_{n} - (CR^{3}R^{4})_{n^{1}} - Y$$

で示される広範な提案があるが、具体的に客虫抑制 効果は示されていない。具体的に好ましいとして例 示された代表的化合物(化合物 Mac 2)について、種 々の客虫(ミカンハダニ、ヒメトビウンカ、ハスモ ンヨトウおよびコナガ)に対して活性比較試験を実 施したところ(本明細書試験例 5 参照)いまだ活性 の観点から充分満足すべき域には達していない。

水素、メチル、エチル、フェニル、p-フロロフェ ニル、好ましくは水素、メチル、エチルを表し、Y が2ーフロロエチルの場合、2がC」~C。のアル・ キル、C. ~C. のハロアルキル、C. ~C. のア ルケニル、Cェ~C。のハロアルケニル、フェニル、 ハロ置換フェニル、N,N-ジメチルスルファモイ ル、N、N-ジメチルカルバモイル、好ましくはイ ソプロピル、2-フロロエチル、アリル、2-プテ ニル、3--クロロー2-プロペニル、N, N-ジメ チルスルファモイルから選ばれ、Zが2-フロロエ チルの場合、Yが水素、C。~C。のアルキル、C , ~ C。のハロアルキル(2 - フロロエチルは除 く)、C,~C,のアルケニル、C,~C,のハロ アルケニル、アルコキシカルポニルメチル、好まし くはイソプロピル、アリル、2-プテニル、3-ク ロロー2ープロペニルからら選ばれる基を表し、n は1または2、好ましくは1を表すが、特に好まし い化合物群としては、Aが水素、Xが水素、メチル、 エチルであって、Y、2が同時に2-フロロエチル、 nが1の場合である。〕で示されるオキシムエーテ

次に、その製造法について詳しく説明する。

一般式(I)で示される本発明化合物は、以下の方法により製造することができるが、これに限定されるものではない。

①一般式(1)で示される本発明化合物は、一般

反応に供する試剤の量は、一般式(I)の化合物 1当量に対し塩基1~1.5当量、Y を1~1. 5当量であり、これらを溶媒中、10~80℃の反 応温度で1~24時間反応させればよい。

塩基としては、ナトリウムメトキサイド、ナトリウムエトキサイド、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等をあげることができる。

また、溶媒としては、たとえば、メタノール、エタノール、ジオキサン、N. Nージメチルホルムアミド、テトラヒドロフラン等をあげることができる。

反応終了後は、通常の後操作を行い、水溶性不要 物等を除去し、必要に応じてクロマトグラフィー、 蒸留等によって精製することができる。

②一般式(I)で示される化合物のうち、YとZ が同時に2-フロロエチルの場合、一般式(II) (1) 为

$$(z \cdot o)_n \xrightarrow{A} C \swarrow_{N \cdot OH} (II)$$

(式中、A, X, Zは前記と同じ)

で示される化合物と塩基の存在下で、化合物 Y'
(Y' はC, ~C。のハロアルキル、C, ~C。の
ジハロアルキル、C。~C。のハロアルケニル、C。~C。のジハロアルケニル、アルコキシカルボニ
ルハロメチルを表す)と反応させることにより得る
ことができる。

化合物 Y' としては、具体的には、ヨウ化メチル、エチルプロマイド、2 - プロモプロパン、sec ープチルクロライド、1 - プロモー2 - フロロエタン、1 - プロモー3 - クロロー2 - メチルプロパン、アリルプロマイド、1 - クロルー2 - プテン、4 - プロモー1 - プテン、1,3 - ジクロロプロペン、メトキシカルボニルクロロメチル等をあげることができる。

$$(HO)_{n} \longrightarrow c \begin{pmatrix} x \\ N \cdot OH \end{pmatrix}$$
 (III)

(式中、A. Xは前記と同じ)

で示される化合物と塩基の存在下で、1-ブロモー 2-フロロエタンとを反応させることにより得るこ とができる。

反応に供する試剤の量は、一般式(II)の化合物 1当量に対し塩基2~4.5当量、1ープロモー2 ーフロロエタン2~4.5当量であり、これらを溶 媒中、20~100℃の反応温度で1~24時間反 応させればよい。

塩基としては、ナトリウムメトキサイド、ナトリウムエトキサイド、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等をあげることができる。

溶媒としては、メタノール、エタノール、ジオキ サン、N、Nージメチルホルムアミド、テトラヒド ロフラン等をあげることができる。 反応終了後は、通常の後処理を行い、水溶性不要 物等を除去し、必要に応じてクロマトグラフィー、 落留等によって精製することができる。

③本発明の中間原料化合物である前記一般式(II)で示されるオキシム化合物は、一般式(IV)

$$(z \cdot 0)_n \xrightarrow{A} C - x \qquad (IV)$$

(式中、A, X, Zは前記と同じ)

で示されるベンゾイル化合物とヒドロキシルアミン 塩を、塩基の存在下で反応させて得ることができる。

反応に供する試剤の量は、一般式(IV)の化合物 1当量に対し、ヒドロキシルアミン塩酸塩(または 硫酸塩)1~1.5当量、塩基1~1.5当量であ り、これらを溶媒中にて、10~70℃の反応温度 で1~48時間反応させれば目的物を得ることがで きる。

塩基としては、たとえば、ピリジン、トリエチル アミン、トリプチルアミン等をあげることができる

クロリド、N, N - ジメチルカルパモイルクロリド を表す)とを反応させることにより得ることができる。

化合物 2 を具体例で示すと、ヨウ化メチル、エチルプロマイド、2 ープロモプロパン、sec ープチルクロライド、1 ープロモー2 ーフロロエタン、1 ープロモー3 ークロルー2 ーメチルプロパン、アリルプロマイド、1 ークロルー2 ープテン、4 ープロモー1 ープテン、1,3 ージクロロプロペン、ヨードベンゼン、2,6 ージフロロプロムベンゼン、N,Nージメチルスルファモイルクロリド、N,Nージメチルカルバモイルクロリド等をあげることができる。

反応に供する試剤の量は、一般式(V)で示されるヒドロオキシベンゾイルあるいはジヒドロオキシベンゾイル化合物およびそれらの金属塩1当量に対し、化合物 2'をそれぞれ1~1.5当量および2~3当量、塩基も同様にそれぞれ1~1.5当量および2~3当量であり、これらを溶媒中、50~130℃の反応温度で1~8時間反応させればよい。

る.

溶媒としては、メタノール、エタノール、ジオキ サン、N. N-ジメチルホルムアミド、テトラヒド ロフラン等をあげることができる。

反応終了後は、通常の後処理を行い、必要に応じてクロマトグラフィー等によって精製し、目的物を得ることができる。

④本発明の中間原料化合物である前記一般式(Ⅳ)で示されるペンゾイル化合物は、一般式(V)

$$(HO)_{n}^{A} \longrightarrow C - x \qquad (V)$$

(式中、A, Xは前記と同じ)

で示されるヒドロオキシベンゾイルまたはジヒドロオキシベンゾイル化合物またはその金属塩と化合物 Z' (Z' はC, ~ C。のハロアルキル、C, ~ C。のジハロアルキル、C。~ C。のハロアルケニル、C。~ C。のジハロアルケニル、パロフェニル、ポリハロフェニル、N、N・ジメチルスルファモイル

塩基としては、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等をあげることができる。

溶媒としては、たとえば、メタノール、エタノール、ジオキサン、N, N-ジメチルホルムアミド、テトラヒドロフラン等をあげることができる。

反応終了後は、通常の後操作を行い、水溶性不要 物を除去し、必要に応じてクロマトグラフィー、蒸 留、再結晶等によって精製することができる。

本発明の有害生物防除剤は、有効成分化合物の純品のままでも使用できるし、また農薬として使用する目的で、一般の農薬のとり得る形態、すなわれれ、教剤、乳剤、水溶剤、エアロゾルルの形態で使用することもできる。添加剤、大豆が担心、の形態で使用することもできる場合は、大豆が担心、ないが、から、パイロフィライト、クレイ等の鉱物性粉末、珪藻土、燐灰石、石膏、粉末かり、パイロフィライト、クレイ等の鉱物性微、ケロウ、紅油、液体の剤型を目的とする場合は、ケロシン、鉱油、石油、ソルベイトナフサ、キシレン、鉱油、石油、ソルベイトナフサ、キシレン、鉱油、石油、ソルベイトナフサ、キシレン、

シクロヘキサン、シクロヘキサノン、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、アルコール、アセトン、水等を溶剤として使用する。これらの製剤において、均一かつ安定な形態をとるために必要ならば、界面活性剤を添加することもできる。このようにして得られる水和剤、乳剤は、水で所定の濃度に希釈して懸濁液あるいは乳濁液として、粉剤、粒剤はそのまま、植物に散布する方法で使用される。

また、得られた製剤は、他の殺虫剤、殺ダニ剤、 殺線虫剤、殺菌剤、除草剤、植物生長調節剤、肥料、 土壌改良剤等と混合して使用することもできる。

本発明化合物を有害生物防除剤の有効成分として 使用する場合、その施用量は、通常、10アールあたり10gから1000gであり、施用濃度は10~1000ppmである。好ましくは10アールあたり50gから500gであり、施用濃度は50~500ppmである。

これらの施用量、施用濃度は、いずれも製剤の種類、施用時期、施用場所、施用方法、害虫の種類、

不純物を取り除き、化合物のの立体異性体の混合物 0.53gを得た。収率21.7%、なお、立体異性体混合物はT.L.C.で一つのスポットを与える場合もあるし、二つのスポットに分離する場合もある。これらの化合物の物性、T.L.C.でのRf値を第1-1) 表~第 II-2) 表に示した。表中、物性欄に示された粘調性液体は、合成直後室温での性状である。また、T.L.C.によるRf値は、メルク社製版 5729のシリカゲルプレートにより、展開溶媒トルエンのようにないていました。 T.L.C.でのRf値は、スポットが二つあるした。 T.L.C.でのRf値は、スポットが二つあるした。 ないずいに二つを記し、スポットが二つあるした。 お、Bf値を展開溶媒トルエン/アセトン=9/1 (V/V)で求めたものは、**を付して示した。

製造例 2 (本発明化合物のの中間原料 p - アリル オキシアセトフェノンオキシムの合成)

p- アリルオキシアセトフェノン3.52g (0.02モル)をエタノール25 Wに溶解し、塩 酸ヒドロキシルアミン1.43g(0.021モ 被害程度等により異なり、上記の範囲に限定される ものではない。

(実施例)

以下に製造例、製剤例および試験例をあげて、本 発明をさらに詳細に説明するが、もちろん本発明は、 これらの例に限定されるものではない

まず、本発明化合物の製造例を示す。 製造例1 (本発明化合物的の製造)

pーアリルオキシアセトフェノンオキシム2g (0.0105モル)をエタノール10 試に溶解し、これにナトリウムエトキサイド0.72g(0.0105モル)、1ープロモー2ーフロロエタン1.33g(0.0105モル)を加え、室温(10~15℃)にて1昼夜混合機拌した。反応液に酢酸エチル50試を加え、水25 試にて2回洗浄し、、減圧下に溶媒を留去し、残渣を薄層クロマトグラフィー(以下、1.L.C.で示す;メルク社製No.5717)に塗布し、トルエン溶媒にて展開して、未反応物、

ル)、トリエチルアミン2.02(0.02モル)を加えて、室温にて一夜混合環神した。反応液に酢酸エチル100 mを加え、水50 mはにて2回洗浄し、有機層を無水硫酸ナトリウムで乾燥した後、減圧下にて溶媒を留去して、シラップ状残渣を得た。シラップ状残渣はその後結晶化した。重量3.81g、収率99.7%。本化合物を製造例1で使用した。製造例3 (本発明化合物02の原料pーアリルオキシアセトフェノンの合成)

pーヒドロキシアセトフェノン5g(0.036 8モル)にN/2 水酸化カリウム(エタノール溶液) 73.6 型を加え、40℃以下、減圧下にて溶媒を 留去した。残渣にジメチルホルムアミド20 型、アリ ルブロマイド4.45g(0.0368モル)、アリ ルブロマイド4.45g(0.0368モル)、か 1、油浴中にで60~70℃に加熱反応させた。 2時間後、反応液に酢酸エチル100型を加えて、水 50型で2回洗浄し、減圧下で溶媒を留去した。溶 な加えて脱水乾燥し、減圧下で溶媒を留去した。溶 は図去後、しばらくすると結晶化した。 重量5.9 8、収率91、0%。本化合物を製造例2で使用した。

製造例4 (本発明化合物(22)の製造)

p-ヒドロキシプロピオフェノンオキシム12. 4 g (0. 075モル)にN/2 水酸化カリウム(エ タノール溶液) 300 型を加え、40 ℃以下、減圧 下にて溶媒を留去した。残渣にジメチルホルムアミ ド25 雌を加え溶解後、炭酸カリウム10、48 (0.075モル)、1ープロモー2ーフロロエタ ン19.1g(0.15mol)を加え、直ちに油浴 中にて60~70℃に加熱反応させた。2時間反応 させた後、反応液に酢酸エチル300雌を加え、水 150㎡で3回洗浄し、有機層に無水硫酸ナトリウ ムを加えて脱水乾燥した。乾燥後、減圧下にて溶媒 を留去して粗反応物を得た。これをシリカゲルを充 道したカラクロマトグラフィーにより精製し、9. 4 g の本発明化合物(22)を得た。収率 4 8. 7%。 製造例5 (本発明化合物(22)の原料pーヒドロキ シプロピオフェノンオキシムの合成) p —ヒドロキシプロピオフェノン22.53g

(0.15モル)にエタノール75 越を加えて溶解し、塩酸ヒドロキシルアミン10.43g(0.15モル)、トリエチルアミン15.18g(0.15モル)を加えた後、油浴中60~70℃で2時間反応させた。反応終了後、酢酸エチル200 戦を加え、水100 戦で2回洗浄し、有機層を無水硫酸ナトリウムで乾燥した後、減圧下にて溶媒を留去すると、24.06gの目的物を得た。収率97.1%。本化合物を製造例4で使用した。

(d. CDCI)

2, 39(a, 38), 3, 75-4, 50(a, 28), 4, 00~4, 40(a, 28), 4, 20~5, 16
(a, 28), 4, 46~5, 16(a, 28), 6, 89(d, 28), 7, 61(d, 28), 4, 20~5, 16
(a, 38), 1, 1, 81(a, 18), 2, 21(a, 38), 3, 65(d, 28), 4, 10~4, 32(a, 28), 4, 51~5, 15(a, 28), 6, 28), 6, 85(d, 28), 1, 56(d, 28), 28, 28), 4, 51~5, 15(a, 28), 6, 28), 6, 28), 6, 28), 6, 28), 7, 10~4, 32(a, 28), 4, 51~5, 15(a, 28), 6, 28), 6, 28), 6, 28), 7, 10~4, 32(a, 28), 10~4, 32(a, 28), 10~4, 32(a, 28), 10~5, 15(a, 28), 10~6, 1

 $\frac{2.21(a.3H)}{5.05}$ $\frac{3.95}{5.53(a.2H)}$ $\frac{4.40}{5.70}$ $\frac{4.62(a.2H)}{6.82(4.2H)}$ $\frac{4.45}{7.54(4.2H)}$

I-D

-CH.CH.F

CE,

-CH+CH-CH.

(10)

(11)

(12)

-CH.

- C# a

- C# »

-CS-CS.F

-CH.CH.P

-CH.CH.P

'H-WHR スペクトルデータ

3 83~4 43 (e. 4H) . 4.38~5.20 (e. 4H) .

W	-8	-CH &CH &F	-0080031	温~体	0.40	6.87 (a.28) ~ 7.56 (a.28) . 8.04 (a.18)
(2)	- 8	-CH_CH_F	CH.	門上	(0.31 ° (0.34, 0.28)	1-11(4.3B), 2.12~2.69(m.1H), 3.62(d.2H), 6.86(d.2B), 4.43~5.13(m.2H), 6.86(d.2B), 7.48(d.2B), 8.06(m.1H)
(3)	-8	-CH_CH_F	-CH.CH-CH.	周上	0.75	3.93~4.39(m,2H) 4.40~5.20(m,4H) 5.07~5.58(m,2H) 5.69 ~6.38(m,1H) 6.82(d,2H) 7.43(d,2H) 8.01(m,1H)
(4)	-И.	-CH_CH_P	-0	岡上	(0.74, 0.61)	8.65~1.86(m.3H); 8.69(m.2H);
(5)	- 5	-CH,CH,F	-50 th < CH 2	阿上	0.52	2.94(s, SH) 4.00~4.33(s, 2H); 4.45~5.20(s, 2H); 7.21(d, 2H); 7.55(d, 2H);
(6)	-8	-CH_CH_F	-CH < CH:	阿上	0.43	3.02(a,68), 3.82~4.43(a,20), 4.42~5.18(a,24), 7.948(d,24),
(7)	-CH s	-CH ₊ CH ₊ P	-C8:	岡上	0.51	2.22(m,3H), 3.89(m,3H), 4.02~4.40(m,2H), 4.43~5.20(m,2H), 5.82(d,2H), 7.54(d,2H)
(8)	-CII;	-CH_CH_F	-C.E.	周上	0.56	1.38(1.38) 2.22(a.38) 4.92(a.28) 4.10~4.40(a.28) 4.50 ~5.19(a.28) 6.84(d.28) 7.59(d.28)
(9)	-CB.	-C8,C8,7	-1-Cally	周上	0.59	1.31(d.6#) 1.88~2.30(m.18) 2.22(m.3H) 3.90~4.49(m.2H) 4.35~5.20(m.2H) 6.84(d.2H) 7.59(d.2H)

0.57

(0.49, 0.43)

0.66

T. L. C.

0.48

物 性

B L

岡上

周上

	,					
(13)	-CH.	-CH,CH,P	-CH -CH-CHC1	類和性	0.69	2.22(a.38), 4.00~4.43(a.28), 4.35~4.63(a.28), 4.53~5.20(a.28), 5.655~6.35(a.28), 6.63(4.28), 7.62(4.28)
(14)	-CH.	-CH,CH,F	-0	周上	0.77	1.31(t,3B), 2.18(a,3B), 4.22(q,2B), 5.83~7.79(a,9B)
(15)	-CR ₃	-CH ₂ CH ₂ F	, ->	胃上	0.84	2.23(a,38) 6.61~7.76(a,41)5 ~4.33(a,28), 4.55 ~5.19(a,28),
(16)	-CH ₃	-CR.CR.F		月上	0.62	2.26(4,38) 4.05~4.42(4,28), 4.55~5.22(4,28), 5.80~7.38(4,78)
(17)	-CH.	-CH,CH,F	-50.W < CH.	耳上	0.67	2.21(*,3H) (2.98(*,6H) (4.00~4.42(*,2H) (4.95.20), 4.52(*,2H)
(18)	- C# 3	-CH _z CH _z P	-CM < CH.	買上	0.53	2.22(*,38) 4.44~5.20(a,28), 7.04(d,28), 7.55(a,28),
(19)	-CaHa	-CH ₂ CH ₂ F	-CH.	周上	0.53	1.12(1.38), 2.73(q.28), 3.78(s.38), 4.00~4.40(s.28), 4.45~5.19(s.28), 6.87(d.28), 7.55(d.28)
(20)	-CzH.	-CH,CH,F	-Calla	胃上	0.46	1,12(t,38), 1,39(t,38), 2,72(q,28), 3,98(q,28), 4.05~4.37(m,28), 4. 45~5.15(m,28), 6.80(d,28), 7.52(d,28)
(21)	-CzH.	-CH1CH1P.	-1-C ₂ B ₇	周上	0.54	1,12(t,3H), 1,31(d,6H), 1,49~1,70(m,1H), 2,76(q,2H), 4.00~4.41(m,2H), 4.41~5.18(m,2H), 6.81(d,2H), 7.52(d,2H)
(22)	-CeHs	-CH aCH aF	-CH -CH -P	周上	0.40	1,11(4,38), 2,72(q,28), 3.85~4.24(m,6H), 4.92~5.21(m,2H), 6.88(d,2H), 7.58(d,2H)
(23)	-C#Hs	-CH &CB & P	-CH CH-CH	耳 上	0.54	11(1(1,3H), 3.72(9,2H), 3,97~4,40(m,2H), 4,42~4,73(m,2H), 4,55~5,11(m,2H), 3.69~5.59(m,2H), 5.76~6.40(m,2H), 6.87(d,2H), 1.66(d,2H)
(24)	-Caffs	-CH .CH .F	-CH .CH - CHCH.	月上	0.58	1,11(t,3H), 1,72(d,3H), 2,71(q,2H), 3,97~4,35(m,2H), 4,30~4,73(m,2H), 4,40~5,17(m,2H), 5.55~6.05(n,2H), 6.86(d,2H), 7.55(d,2H)
(25)	-Cells	-CH & CH & F	-CH +CH-CHC1	周上	0.55	1,12(t,3H), 2,75(q,2H), 3,95~4,44(m,2H), 4,45~4,70(m,2H), 4.62~5. 21(m,2H), 6.05~6.35(m,2H), 6.89(d,2H), 7.60(d,2H)

(26)	-Calls	-CH.CH.P	-20°N < CH*	粘稠性 液 体	0.50	1.11(1.3H), 2.72(4.2H), 2.93(s.6H), 4.00~4.37(a.2H), 7.56(4.2H), 7.15(a.2H), 7.56(4.2H)
(27)	-0	-CH,CH,P	-CH_CH_F	月上	0.73	J. 80~4-75(m, 4H), 4.28~5.20(m, 4H), 6.53~1.90(m, 9H),
(28)	-O-F	-CH.CH.F	-CH -CH -P	周上	0.74	3.86~4.70(a.4H), 4.25~5.16(a.4H),
(29)	-8	-CH = CH - CH -	-CB.CB.P	周上	0.42	3:73~4.53(m.2H), 4:19~5.20(m.2H), 4.53(4.2H), 4.98~5.60(m.2H), 5.65~6.42(m.1H), 6.14(4.2H), 7.41(4.2H), 7.96(m.1H), 6.14(4.2H), 7.41(4.2H), 7.96(m.1H)
(30)	-CH.	- H	-CH .CH .F	周上	0.07	2.22(a,3H) 3.90~4.58(m,2H) 4.24~5.25(m,2H) 6.91(d,2H) 7.63(d,2H) 9.80~10.17(broad,1H)
(31)	-CH:	-C##C#-C##	-CH_CH_P	阿上	. 0.44	2,18(s,38), 3,78-4,49(m,28), 4,67(d,28), 4,18-5,19(m,28), 4,96-5, 52(m,28), 5,62-6,45(m,18), 6,86(d,28), 7,61(d,28)
(32)	-CH:	-CH.COOCH.	-CH.CH.P	四上	Q.38	2,25(a,3B), 3,73(a,3B), 3.73~4.55(a,2B), 4.20~5.25(a,2B), 4.71(a,2B), 6.88(d,2B), 7.56(d,2B)
(33)	-CeHs	-CH -CH -C1	-CB.CB.F	周上	0.56	1, 12(4,3H), 2,76(4,2H), 3,79(d,2H), 3,60~4.52(a,2H), 4.33(d,2H), 4. 21~5.23(a,2H), 6.50(d,2H), 7.58(d,2H)
(34)	-C.H.	-i-C _s H _v	-CB.CB.F	再上	0.46	1,11(4,38), 1,31(6,68), 1,89-2,13(a,18), 2,55(q,28), 3,87-4,66(a,28), 4,13-5,21(a,28), 6,88(4,28), 5,57(4,28)
(35)	-C.B.	-CH_CH-CHCH,	-CH.CH.F	周上	0.53	1,11(t,3H) 1,72(d,3H) 2,73(q,2H), 3,88~4,60(m,2H) 4,50~4,85(m,2H) 15,4,25~5.36(m,2H), 3,85~5,92(m,2H), 6,88(d,2H), 7,59(d,2H)
(36)	-CaHe	-CW.CR-CHCI	-CH_CH_F	周上	0.60	1,11(+,3H), 2,72(9,2H), 3,88~4,57(-,2H), 4,52(d,2H), 4.25~5.28(-,2H), 6.39(d,2H), 7.58(d,2H), 4.57

(37)	-0	- R	-CN.CH.P	整御体	0.09	3.90~4.51(e.28), 4.25~5.23(e.28), 6.82~7.95(e.98), 9.00~9.43(broad, 18)
(38)	-0	-CH_CR-CH_	-CB.CE.P	月上	0.82	3,80~4,51(m,2B), 4,15~5,15(m,2B), 4.51(d,2B), 4.95~5.43(m,2B), 5.62~6.60(m,1B), 6.65~7.65(m,9B)
(39)	-0	-CE,CH-CHCH,	-CR.CH.P	四上	0.86	1.69(d.3H), 3.81~4.52(m.2H), 4.59(d.2H), 4.20~5.19(m.2H), 5.46~ 5.82(m.2H), 6.59~7.61(m.9H)
(40)	-0	-CH =CH-CHC1	-CH,CH,F	周上	0.84	3.75~4.50(m.2H), 4.60(q.2H), 4.20~5.20(m.2H), 6.01~6.22(m.2H), 6. 55~7.13(m.9H)
(41)	-O-F	-B	-CH_CH_F	周上	0.09	3.80~4.53(e.28), 4.22~5.21(e.28), 8.70~7.59(e.88), 8.90~9.21(broad,111)
(42)	-O-P	-CH.CH-CH.	-CH_CH_F	岡上	0.83	3.85~4.55(m.2B), 4.65(d.2H), 4.21~5.16(m.2H), 5.00~5.42(m.2H), 5.68~6.12(m.1H), 6.72~7.60(m.8H)
(43)	-O- r	-CH.CE-CEC1	-CH . CH . P	周上	0.85	3.85~4.52(a.28), 4.61(d.28), 4.22~5.20(a.28), 6.04~6.22(a.28), 6. 12~7.58(a.88)

n	-1, A	- − H	•		2.0	
化合物	x	Υ	z	物性	H'r En	「H-MMR スペクトルデータ (8、CDCla)
(44)	- 11	-CH_CH_F	-1-Call+	被概律	0.51	1.32(d,6H), 1.55~1.80(e,1H), 4.05~4.80(e,2H), 4.43~5.19(e,2H), 6.75~7.50(e,4H), 6.08(e,1H)
(45)	- H	-CH.CH.F	-CH.CH.P	周上	0.47	3.83~4.72(m, 2H), 4.10~5.26(m, 6H), 6.75~7.35(m, 4H), 8.03(m, 1H)
(46)	-8	-CH_CH_P	-CH.CH.CH.	胃上	0.50	4.05~4.80(m.2H), 4.46~4.75(m.2H), 4.45~5.12(m.2H), 5.15~5.64(m.1H), 6.80~7.55(m.4H), 8.10(m.1H)
(47)	-CH.	-CH_CH_F	-1-C.B.	周上	0.36	1.31(d.6H), 1.40~1.55(m.1H), 2.20(s.3H), 4.04~4.70(m.2H), 4.40~5.15(m.2H), 6.96~7.27(m.4H)
(48)	-CH,	-CH_CH_F	-CH CH .F	周上	0.36	2.22(a,3B), 3.85~4.76(a,2B), 4.13~5.24(a,6B), 6.75~7.45(a,4B)
(49)	-CH _a	-CH_CH_F	-CH =CH = CH =	同上	0.47	2 21 (a. 3H) 4.15~4.80 (a. 2H) 4.60 (d. 2H) 4.45~5.14 (a. 2H) 4.91~5 57 (a. 2H) 5.70~6.30 (a. 1H) 6.65~7.40 (a. 4H)
(50)	-CH.	-CHaCHaP	-CM < CH.	同上	0.16	2.20(a,3H), 3.01(a,6H), 3.90~4.52(m,2H), 4.40~5.10(m,2H), 5.80~7.35(m,4H)
(51)	-C.H.	-CH_CH_F	-CH.CH.P	岡上	0.44	1.12(t,38), 2.77(q,28), 3.88~4.80(e,28), 4.18~5.30(e,68), 6.75~7.55(e,48)
(52)	-C.R.	-CH aCH aF	-CH_CH-CH.	四上	0.55	1,13(1,3H) 2,76(9,2H) 3,405~4.80(a,2H) 4,62(4,2H) 4,46~5.30(a,3H) 5,10~3,65(a,2H) 5,15~6.50(a,1H) 6,65~7.60(a,4H)
(53)	-C.H.	-CH,CH,F	-CH CH-CHCI	周上	0.57	1.12(c.38), 2.76(9.28), 3.90~4.85(a.28), 4.52(d.28), 4.50~5.19(a.8), 5.83~6.40(a.28), 6.60~7.50(a.48)
(54)	-C.8.	-GH_CH_F	-CH_CH-CBCH.	周上	0.60	1.12(1.3H) 1.73(d.2H) 2.77(q.2H) 4.05~4.90(a.2H) 4.40~4.63(a. H) 4.56~5.20(a.2H) 5.70~5.90(a.2H) 6.75~7.40(a.4H)
(55)	-15	-8	-CH_CH_P	周上	0.11	3.98~4.75(m.2H), 4.50~5.18(m,2H), 6.70~7.45(m,4H), 8.01(s.1H), 8.75~9.11(broad.1H)
(56)	-Н	-CH.CH-CH.	-CH «CH »P	馬上	0.66	3.80~4.56(m.2H) 4.67(d.2H) 4.25~5.24(m.2H) 5.10~5.60(m.2H) 55~6.55(m.1H) 6.78~7.50(m.4H) 8.07(s.1H)

(57)	- H	-CH,CH-CHCH,	-CH_CH_F	技 ^四 集	0.64	1.7((d,3H), 3.83~4.75(e,2H), 4.25~4.65(e,2H), 4.17~5.18(e,2H), 5.57~5.86(e,2H), 6.65~7.40(e,4H), 7.97(e,1H)
(58)	- 8	-CH . CH = CUC1	4.KJ.HJ-	同上	0.69	3.89~4.54(m,2H), 4.63(d,2H), 4.25~5.23(m,2H), 6.09~6.35(m,2H), 6.70~7.50(m,4H), 8.02(s,1H)
(59)	-CH.	·H	-CH ₂ CH ₂ F	同上	0.09	2.14(s,30), 3.82~4.55(m,2H), 4.20~5.19(m,2H), 6.74~7.32(m,4H)
(60)	-CH,	-CH_CH-CH,	-CH_CH_F	同上	0.38	2.18(s.3H), 3.80~4.50(s.2H), 4.29~5.17(s.2H), 4.63(d.2H), 5.05~5. 52(s.2H), 5.68~6.49(s.1H), 6.70~7.36(s.4H)
(61)	-CH ₃	-CH.CHCHCH.	-CH.CH.P	同上	0.52	1.72(d, 3B), 2.18(a, 1H), 3.74~4.82(m, 2H), 4.55~4.80(m, 2H), 4.23~5.18(m, 2H), 5.61~6.00(m, 2H), 6.74~7.60(m, 4H)
(62)	-CH ₃	-CH.CH-CHC1	-CH a CH a F	同上	0.40	2.19(s,3H), 3.86~4.55(m,2H), 4.20~5.24(m,2H), 4.55~4.78(m,2H), 6.02~6.37(m,2H), 6.70~7.60(m,4H)
(63)	-CaHs	- H	-CH_CH_P	同上	0.08	1.11(t.3B), 2.74(q.2B), 3.86~4.57(=.2H), 4.17~5.19(=.2H), 6.80~7. 58(=.48), 8.80~9.21(broad, 1B)
(64)	-CaH.	-CH,CH-CH,	-CH _E CH _E P	周上	0.52	1.12(1.38) 2.75(q.28) 3.82~4.60(m.28) 4.15~5.22(m.28) 4.68(d.2 m) 5.60~5.52(m.28) 5.55~6.45(m.18) 6.74~7.60(m.48)
(65)	-C.H.	-CH*CH*CHCH*	-CH ₂ CH ₂ P	. 周上	0.53	1.10(t, 3H), 1.72(d, 3H), 2.73(g, 2H), 3.88~4.51(m, 2H), 4.62(d, 2H), 4. 20~5.30(m, 2H), 5.62~6.10(m, 2H), 6.74~7.60(m, 4H)
(66)	-Calls	-CH*CH*CHC)	-CH _e CH _e P	同上	0.61	1.11(4.3H), 2.71(q.2H), 3.88-4.55(m.2H), 4.62(d.2H), 4.19-5.26(m.2H), 6.07-6.35(m.2H), 6.55-7.45(m,4H)

第 1-3) 表

 $\bigcirc c < x$

	1 - 1, A					0.2		
华 合智	х	Y	z	物性	T.L.C. R I M	「H-XMR スペクトルデータ (6. CDCl;)		
(67)	- 11	-CH _* CH _* P	-i-C ₁ H ₇	複四体	0.70	1.31(d,6H), 3.99~4.38(q,1H), 4.07~4.77(m,2H), 4.60~5.17(m,2H), 6.69~7.91(m,4H), 8.54(s,1H)		
(68)	- 11	- CH . CH . P	-CH_CH_P	岡上	0.62	3.80~5.15(=,8H), 6.65~7.83(=,4H), 8.49(s,1H)		
(69)	-H .	-CH.CH.F	-CH_CH-CH;	FF L	0.71	4.00~4.75(m,2H), 4.40~4.80(m,2H), 4.40~5.25(m,2H), 4.92~5.60(m,H), 5.70~6.40(m,1H), 6.70~8.00(m,2H), 6.68~7.95(m,4H), 8.50(a,1H)		
(70)	-#	-CH -CH -F	-CH*CH-CHC1	阁上	0.72	4.00~4.88(=.2H), 4.47(d.2H), 4.53~5.17(a,2H), 5.80~6.26(a,2H), 6.68~7.95(a,4H), 8.50(a,1H)		
(71)	-н	-CH,CH,F	-CH_CH+CHCH_	岡上	0.71	1.68(d,3H), 4.00~4.80(=,2H), 4.44(d,2H), 4.31~5.20(=,2H), 5.55~5.90(=,2H), 6.70~7.96(=,4H), 8.59(a,1H)		
(72)	-CH.	-CH . CH . F	-CH:CH:P .	周上	0.45	2.24(s,3H) 3.82~4.70(m,6H) 4.91~5.16(m,2H) 6.70~7.48(m,4H)		
(73)	-C.H.	-CH2CH2F	-CH:CH:F	同上	0.40	1.09(t,3H), 2.31(q,2H), 3.79~4.70(m.6H), 4.80~5.20(m.2H), 6.72~7.78(m.4H)		
(74)	- Н	- 11	-CH.CH.F	周上	0.11	3.70~4.63(m,2H), 4.16~5.19(m,2H), 6.80~7.76(m,4H), 8.50~8.91(broad,1H)		
(75)	- H	-i-CaH+	-CH _* CH _* F	周上	0.69	1.80(d,6H), 3.83~4.52(m,2H), 4.22~4.68(m,1H), 4.22~5.21(m,2H), 6.70~7.95(m,4H), 8.43(m,1H)		
(76)	- 8	-CH,CH,C1	-CH _e CH _e P	周上	0.72	3.60~4.52(m.6H), 4.20~5.22(m.2H), 6.71~7.91(m.4H), 8.52(m.1H)		
(11)	- Я	-CR.CH-CH.	-CH.CH.F	同上	0.58	3.80~4.51(=.2H). 4.55(d.2H). 4.19~5.22(=.2H). 5.18~5.55(=.2H). 5.70~6.45(=.1H). 6.70~8.00(=.4H). 8.53(=.1H)		
(78)	- 8	-CH*CH-CHC1	-CH:CH:F	周上	0.65	3.90~4.61 (=.21), 4.68 (d.2H), 4.30~5.25 (=.2H), 5.90~6.34 (=.2H)		
(79)	- B	-CH.CH.CHCH.	-CH,CH,F	局上	0.59	1.73(d,3H) 3.85~4.50(a,2H) 4.20~4.85(a,2H) 4.20~5.22(a,2H) 5.60~5.96(a,2H) 6.73~8.00(a,4H) 8.58(a,1H)		

(80)	-CH.	- Н	-CH .CH .P	被和推	0.13	2.19(s, 38), 3.86~4.53(s, 28), 4.23~5.18(s, 28), 6.72~7.45(s, 48), 9.03~9.15(broad, 18)
(81)	-CHa	-i-C ₄ H ₇	-CH*CH*b	周上	0.44	1.29(d,6H), 2.20(s,3H), 3.85~4.48(m,2H), 4.15~4.65(m,1H), 4.20~5.15(m,2H), 6.72~7.48(m,4H)
(82)	-CH _a	-CH.CH.CI	-CH .CH .F	岡上	0.52	2.21(a,3H), 3.60~4.53(a,6H), 4.15~5.20(a,2H), 6.74~7.50(a,4H)
(83)	-CH,	-CH . CH - CH .	-CH_CH_P	周上	0.48	2.22(s,3H) 3.83-4.55(e,2H) 4.67(d,2H) 4.15-5.20(e,2H) 4.98-5. 52(e,2H) 5.85-6.43(e,1H) 6.72-7.48(e,4H)
(84)	-CH:	- CH . CH - CHCI	-CH ₂ CH ₂ F	岡上	0.53	2.21(s.3H), 3.80~4.50(a.2H), 4.62(d.2H), 4.15~5.14(a.2H), 6.03~6. 30(a.2H), 6.70~7.44(a.4H)
(85)	-Cii a	-CH*CH-CHCH*	-CH .CH.F	周上	0.49	1.22(4,3H) 2.22(a,3H) 3.80~4.53(a,2H) 4.15~5.17(a,2H) 5.53~5.73(a,2H) 5.63~5.92(a,2H) 6.73~7.50(a,4H)
(86)	-Calls	- Н	-CH CH P	周上	0.13	1.05(t.3H), 2.78(q.2H), 3.78~4.55(m.2H), 4.15~5.22(m.2H), G.85~7. 56(m.4H), 8.83~9.05(broad.1H)
(87)	-CaHs	-CH.CH.CI	-CH .CH .P	闰上	0.37	1.02(1,3H), 2.75(a,2H), 3.62~4.60(m,6H), 4.13~5.15(m,2H), 6.83~7.54(m,4H)
(88)	-Calls	-CH.CH-CH.	-CH +CH + P	闰上	0.36	1.09(t.3H), 2.90(g.2H), 3.85~4.55(e.2H), 4.15~5.24(e.2H), 4.44(d.2H), 4.95~5.50(e.2H), 5.75~6.42(e.1H), 6.85~7.83(e.4H)
(89)	-C:H:	-CH.CH-CHCI	-CH .CH .P	周上	0.51	[.02(1.3H), 2.70(q.2H), 3.83~4.54(m.2H), 4.16~5.17(m.2H), 4.60 (d.2H), 6.03~6.29(m.2H), 5.72~7.48(m.4H)
(90)	-C.A.	- CH - CH - CHCH -	-CH.CH.P	周上	0.45	1.03(1,3H), 1.74(d,3H), 2.76(q,2H), 3.83~4.50(a,2H), 4.14~5.20(a,2H), 4.35~4.82(a,2H), 5.56~5.90(a,2H), 6.65~7.50(a,4H)

** 展間溶媒 トルエン/アセトン=9/

化合物	A	х	- o z	物性	T.L.C. Ríla	'H-NMR スペクトルデータ (δ、CDC1。)
(91)	2-0H	-©	4-OCH aCR aP	旋冊 集	0.23	3.80~4.68(m.4H), 4.15~5.26(m.4H), 6.43~7.75(m.8H), 8.30~8.52(broad, 1H)
(92)	3-0CH,	- H	4-OCH aCH aF	周上	0.39	3.82(s,3H), 3.65~4.20(m.4H), 4.05~5.21(m,4H), 6.65~7.27(m,3H), 7.98(s,1H)
(93)	3-0CH ₃	-CH:	4-OCH_CH_P	置章	0.33	2.21(s,3H), 3.65~4.40(m,4H), 3.83(s,3H), 4.35~5.22(m,4H), 6.69~7.32(m,3H)
(94)	3-0CH:	- H	2-OCE CH .F	被概律	0.26	3.80(s,3H) 3.85~4.70(s,4H) 4.38~5.13(s,4H) 6.72~7.49(s,3H) 8.52(s,1H)
(95)	4-0CH;	Я	3-OCH_CH_F	同 上	0.27	3.84(s,3H) 3.74~4.56(m,4H), 4.27~5.26(m,4H), 6.75~7.41(m,3H), 7.99(s,1H)
(96)	4-0CH1	-8	2-OCH_CH_F	同上	0.26	3.81(s,3H) 3.67~4.48(s,4H), 4.33~5.24(s,4H), 6.69~7.39(s,3H), 8.03(s,1H)
(97)	3-00:85	- H	4-0CH < CH =	日	0.72 **	1.31(d,6H) 1.42(1,3H) 1.78~2.22(a,1H) 4.04(a,2H) 7.92(a,1H) 3.95~4.15(a,2H) 4.41~5.09(a,2H) 6.60~7.20(a,3H) 7.92(a,1H)
(98)	3-0CH;	- 18	4-OCH CH-CH:	整門樣	0.79 **	3.81(s,3H) 3.99~4.65(a,2H) 4.52(d,2H) 4.45~5.10(a,2H) 5.05~5.55(a,2H) 5.70~6.40(a,1H) 6.88~7.24(a,3H) 8.00(s,1H)
(99)	3-0CH.	- CH :	4-0CH=CH=CH=	菌阜	0.42 **	2.20(a ₁ 3H) 3.88(a,3H) 4.05~4.75(m,2H) 4.60(d,2H) 4.51~5.29(m,2H) 5.11~5.59(m,2H) 5.88~6.42(m,1H) 6.71~7.39(m,3H)
(100)	3:0CH;	- H	4-OCH + CH = CHCH +	同上	0.73	1.70(d.3H), 3.81(s.3H), 3.97~4.70(e.2H), 4.40~5.13(e.2H), 4.50~4.71(e.2H), 5.60~5.90(e.2H), 6.63~7.21(e.3H), 8.00(s.1H)

(101)	3-0CH.	-CH 2	4-OCH CH-CHCH.	翻幕	0.76**	1.71(d,3H), 2.23(a,3H), 3.89(a,3H), 4.03~4.65(a,2H), 4.41~5.20(a,2H), 4.50~4.85(a,2H), 5.65~6.00(a,2H), 6.70~7.40(a,3H)
(102)	4-0CH.	- 8	2-OCH CH-CH	複解体	0.43	3.79(a,3H), 3.66-4.46(a,2H), 4.50(d,2H), 4.25-5.21(a,2H), 5.67-6.36(a,1H), 6.83-7.23(a,3H), 8.12(a,1H)
(103)	3-C1	-8	4-OCH CH-CHC1	同上	0.51	4.05~4.73(m.2H) 4.58(d.1H) 4.83(d.1H) 4.50~5.17(m.2H) 6.04~6.42(m.2H) 6.72~7.70(m.3H) 7.99(s.1H)
(104)	J-0CH;	- H	4-OCH .CH-CHC1	图章	0.81	3.81(a,3H), 3.96~4.65(a,2H), 4.50(d,1H), 4.76(d,1H), 4.40~5.11(a,2H), 5.80~6.27(a,2H), 6.40~7.21(a,3H), 7.98(a,1H)
(105)	3-0CH.	- CH 2	4-OCH -CH-CHC1	複判体	0.83**	2.21(a,3H), 3.83(s,3H), 4.00~4.69(m,2H), 4.51(d,1H), 4.79(d,1H) 4.42~5.13(m,2H), 5.82~6.31(m,2H), 6.63~7.32(m,3H)
(106)	4-0CH2	- H	2-OCH aCH-CHC1	同上	0.52	3.82(a,3H), 3.76~4.41(a,2H), 4.52(d,1H), 4.81(d,1H), 4.45~5.21(a,2H), 5.78~6.29(a,2H), 6.57~7.29(a,3H), 8.09(a,1H)
(107)	3-C1	- H	4-OCH _CH _P	周上	0.40	3.90~4:73(a,4H), 4.25~5.21(a,4H), 6.73~7.66(a,3H), 7.97(a,1H)
(108)	3-C1	-8	4-0C8 -CH-CH.	同上	0.54	3.95~4.65(a,2H), 4.45~4.61(a,2H), 4.45~5.05(a,2H), 5.05~5.50(a,2H), 5.76~6.35(a,1H), 6.08~7.63(a,3H), 7.93(a,1H)

第(-5)

FCH₂CH₁O

** 展開溶媒 トルエン/アセトン=9/

集合物	۸	х	Υ	ο Ω π	物性	T.L.C. RTM	'B-NMR スペクトルデータ (♂、CDCl。)
(109)	3-CI	- H	-CB < CB;	4 12	複解集	0.67	1.28(d,6H) \(\frac{1}{2}\), \(\frac{1}\), \(\frac{1}2\), \(\frac{1}2\), \(\frac{1}2\), \(\f
(110)	3-0CH,	-#	-CH*CH=CHCI	4位	簡章	0.82	3.81(a,3H) 3.60~4.50(m,2H) 4.55(d,1H) 4.80(d,1H) 4.20~5.19(m,2H) 6.03~6.24(m,2H) 6.60~7.21(m,3H) 7.92(a,1H)
(111)	3-0CH.	-H	-CH_CH-CHCH_	4 (2	同上	0.82 **	1.72(d,3H) 3.89(s,3H) 3.70~4.53(s,2H) 4.40~4.80(s,2H) 4.15~5.19(s,2H) 5.50~5.85(s,2H) 6.60~7.28(s,3H) 7.93(s,1H)
(112)	3-0CH a	-H	-8	4位	周上	0.15 **	3.83(s,3H) 3.82~4.53(m.2H) 4.24~5.26(m.2H) 6.73~7.31(m.3H) 7.96(s.1H) 8.63~8.87(broad,1H)
(113)	3-0CH.	-CH,	-8	4位	同上	0.16 **	2.34(s,3H) 3.73~4.55(e.2H) 3.79(s,3H) 4.16~5.18(e,2H) 6.81~7.54(e,3H)
(114)	3:0C##	- 8	-CH < CH.	4 (2	岡上	0.83 **	1.29(d,6H) 1.80~2.05(e,1H) 3.99(s,3H) 3.85~4.60(e,2H) 4.24~5.30(e,2H) 6.85~7.44(e,3H) 7.95(s,1H)
(115)	3-OCH,	-#	-sec C.H.	4位	周上	0.86 **	0.93(1.3H) 1.27(d.3H) 1.50~1.60(a.1H) 1.55~1.99(a.2H) 3.91(a.3H) 1.3.85~4.61(a.2H) 1.30~5.27(a.2H) 6.83~7.34(a.3H) 7.98(s.1H)
(116)	4 · OCH 2	- H	- 8	3 (1)	闰上	0.07	3.80(s.3H) 3.81~4.46(m.2H) 4.20~5.24(m.2H) 6.84~7.36(m.3H) 7.93(a.1H) 8.74~8.89(broad.1H)
(117)	3-0CH;	-C# *	RS PS-	4 (1)	簡 律	0.85 **	1,30(d,6H), 1,75~1,86(=,1H), 2,19(±,3H), 3,90(±,3H), 3,85~4.60(=,2
(118)	3-0CH.	-CH.	-sec Cally	4位	装 甲集	0.93 **	0.94(1.3H), 1.29(4.3H), 1.35~2.00(a,3H), 2.20(a,3H), 3.88(a,3H), 3

(119)	3-0CH.	-CH _s	-CH*CH*CH*CH*	4位	被砌煤	0.87 **	2,20(s,3H), 2,50(g,2H), 3,85~4,65(s,2H), 3,90(s,3H), 4,20~4,45(s,2H), 4,30~5,30(s,2H), 1,40~5,28(s,2H), 5,55~6,20(s,1H), 6,83~7,45
(120)	4-0CH:	-H	-CE < CE.	3位	周上	0.34	1.30(4.6H), 1.83~2.01(*,1H), 3.88(*,3H), 3.81~4.59(*,2H), 4.29~5.25(*,2H), 6.67~7.40(*,3H), 8.51(*,1H)
(121)	4-0C8.	-8	-CB_CH_C1	3位	同上	0.37	3.90(s,3H) 3.78~4.56(s.6H) 4.17~5.23(s.2H) 5.65~7.41(s.3H) 8.49(s.1H)
(122)	4-0CH.	-8	-CH .CH .C?	2位	岡上	0.37	3.88(a,3H) 3.81~4.49(m.6H) 4.20~5.31(m,2H) 6.71~7.39(m.3H) 8.51(a,1H)
(123)	3-0CH.	-CH .	-CH.CH-CHCH.	4 (2	國集	0.86 **	1.73(d,3H) 2.20(s,3H) 3.84(s,3H) 3.84~4.52(s,2H) 4.24~5.23(s,2H) 4.52~4.85(s,2H) 5.53~5.90(s,2H) 6.72~7.50(s,3H)
(124)	4-0CH.	8	-CH . CH - CH .	3 (2	複糊性	0.36	3.81(a,3H), 3.77~4.58(m,2H), 4.52(d,2H), 4.20~5.19(m,2H), 5.07~5. 53(m,2H), 5.76~6.38(m,1H), 6.74~7.48(m,3H), 8.49(s,1H)
(125)	3-0CH.	-CH =	-CH -CH-CHC1	.4位	置是	0.86 **	2.18(a,3H), 3.65~4.55(a,2H), 3.85(a,3H), 4.20~5.21(a,2H), 4.52(d,1H), 4.80~5.20(a,1H), 6.09~6.31(a,2H), 6.70~7.52(a,3H)
(126)	3-0CH,	- 8	-CH_CH_CH-CH-	2 (立	複明体	0.45	2.45(q,2h), 3.82(q,3h), 3.88~4.62(m,2h), 4.16~5.10(m,2h), 4.41~4 63(m,1h), 5.10~5.32(m,2h), 5.57~6.23(m,2h), 6.87~7.60(m,3h), 8.50
(127)	4-0CH,	- H	-CH . CH - CHC 1	3位	周上	0.47	3.89(s,3H), 3.65~4.51(m,2H), 4.53(d,1H), 5.08~5.47(m,2H), 4.51(d,1H), 4.83(d,1H), 5.76~6.22(m,2H), 6.73~7.58(m,3H), 8.49(s,1H)
(128)	3-C1	-8	-CH & CH - CHC1	4 (32	複細体	0.69	3.89-4.53(e.2H), 4.25-5.30(e.2H), 4.61(d.1H), 4.87(d.1H), 6.07-6. 31(e.2H), 6.80-7.72(e.3H), 7.96(e.1H)
(129)	3-C1	- 8	-8	4 (2	簡章	0.07	3.85~4.47(m.28), 4.18~5.16(m.28), 6.82~7.59(m.38), 8.01(m.18), 9.14~9.43(broad,18)
(130)	3-01	-8	-CH_CH-CH_	4位	数 網性	0.64	3.90~4.55(e.2H), 4.63(e.2H), 4.25~5.20(e.2H), 5.01~5.50(e.2H), 5.70~6.40(e.1H), 6.73~7.70(e.3H), 7.95(e.1H)

第 目-1) 表 (Z·O), CCH₄CH₆F

** 展開溶媒 トルエン/アセトン=9/1

华合物	A	х	- (OZ),の位置	物性	T.L.C. R / W	'B-MMR スペクトルデータ (f, CDCl,)
(131)	- И	-0	2,4-(OCH + CH + F) +	被叫谁	0.36	3.80~4.68(m, 6H), 4.10~5.20(m, 6H), 6.43~7.57(m, 8H)
(132)	- 8	- CH -	3, 4- (OCH = CH = CH =) .	同 上`	0.77 **	2.19(a,3H), 3.95-4.70(a,2H), 4.45-4.70(a,2H), 4.45-5.10(a,2H), 5.05-5.53(a,2H), 5.69-6.30(a,1H), 6.65-7.25(a,3H)
(133)	- H	- CH s	2,4-(OCH_CH-CH_);	同上	0.79 **	2.27(s,3H), 3.80-4.75(s,2H), 4.40-4.55(s,2H), 4.40-5.11(s,2H), 5.05-5.52(s,2H), 5.15-6.12(s,1H), 6.36-7.50(s,3H)

华合智	A	х	Υ	物性	r.L.C. R f Ma	'B-MMR スペクトルデータ (8. CDCl。)
(134)	- H	-0	-н	菌 泵	0.28 **	3.88~4.65(a,4H), 4.32~5.21(a,4H), 6.55~7.34(a,8H) 8.75~8.98(broad,1H)
(135)	- H	-CH.	- CH . CH . P	接脚体	0.73 **	2.20(s,3H), 3,78~4.50(s,6H), 4.05~5.15(s,6H), 6.30~7.33(s,3H)
(136)	-H	-C8.	-CH.CH-CHC1	同上	0.79 **	2.27(a,3H), 3.82~4.50(a,4H), 4.20~5.20(a,4H), 4.18(d,1H), 4.82(d,1H), 5.83~6.28(a,2H), 6.30~7.40(a,3H)
(137)	- H	-СН "	-CH = COO - CH =	日上	0.30	2.25(a.3H), 3.84(a.3H), 3.80~4.58(a,4H), 4.20~5.21(a,4H), 4.68(a,2H), 6.30~7.40(a.3H)

次に製剤例を示す。なお、化合物番号は第 I - 1) 表~第 II - 2)表の本発明化合物番号で示す。

製剤例1 乳剤

本発明化合物(1)ないし(29)を20重量部、ツィーン20〔和光純薬(製]20重量部、キシレン60 重量部を充分混合して20%乳剤を得た。

製剤例2 水和剤

本発明化合物(1)ないし(29)を25重量部、珪藻土65重量部、高級アルコール硫酸エステル5重量部、アルキルナフタレンスルホン酸5重量部を均一に混合し、微細に粉砕して25%の水和剂を得た。

型剂例3 微粒剂

本発明化合物(1)ないし(29)を3重量部、タルク45重量部、ベントナイト45重量部、リグニンスルホン酸ナトリウム5重量部、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム2重量部をよく粉砕混合し、水を加えてよく練り合わせた後、粒径30~300ミクロンになるように造粒乾燥して、3%の微粒剤を得た。

本発明による化合物が有害生物防除剤として有用

試験例1 ミカンハダニに対する効果 直径1cmのかんきつ葉片を、底部から水分を補う

で示した。

であることを、以下の試験例にて示す。なお、ミカ

ンハダニ、コナガの試験例は2反覆の平均値を、ヒ

メトピウンカ、ハスモンヨトウの試験例は3反覆の

平均値で示してあり、供試化合物中の本発明化合物

は、第Ⅰ-1) 表~第Ⅱ-2) 表に記載した化合物番号

とした。その結果を第Ⅱ表に示した。

赛 正 衰

化合物 番 号	段即率7	化合物 番 号	段即率2 取虫率2	化合物 番 号	段9年12
(1)	100/100	(23)	100/100	(45)	100/ 71
(2)	100/100	(24)	100/100	(46)	100/100
(3)	100/100	(25)	100/100	(47)	100/ 43
(4)	100/100	(26)	100/100	(48)	100/ 86
(5)	100/100	(27)	100/100	(49)	100/ 0
(6)	100/ 78	(28)	100/100	(50)	98/ 33
(7)	100/ 67	(29)	100/100	(51)	100/100
(8)	100/ 78	(30)	100/ 0	(52)	100/ 78
(9)	100/100	(31)	100/100	(53)	100/100
(10)	100/100	(32)	100/ 38	(54)	100/100
(11)	100/100	(33)	100/ 78	(55)	100/ 0
(12)	100/100	(34)	100/100	(56)	100/100
(13)	77/ 0	(35)	100/100	(57)	100/ 86
(14)	100/100	(36)	100/100	(58)	100/100
(15)	100/100	(37)	100/11	(59)	100/100
(16)	93/ 0	(38)	100/ 67	(60)	100/ 86
(17)	100/ 78	(39)	100/ 0	(61)	100/100
(18)	100/100	(40)	100/ 0	(62)	100/100
(19)	100/100	(41)	100/ 0	(63)	100/100
(20)	100/100	(42)	100/ 0	(64)	100/100
(21)	100/100	(43)	91/ 0	(65)	100/100
(22)	100/100	(44)	100/ 0	(66)	100/100

(続く)

化合物 香 号	投卵率1 ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・	化合物番 号	段即率1 ・ 投生率1	化合物 番 号	段即率I 段虫率I
(67)	100/ 25	(91)	98/ 25	(116)	85/ 0
(68)	99/100	(92)	100/100	(117)	100/ 90
(69)	100/88	(93)	100/100	(118)	100/ 90
(70)	100/100	(94)	100/100	(119)	100/ 90
(71)	100/100	(95)	100/100	(120)	90/ 0
(72)	100/100	(96)	100/100	(121)	99/ 13
(73)	100/100	(97)	100/ 80	(122)	100/ 25
(74)	88/ 0	(98)	100/100	(123)	100/ 70
(75)	99/ 78	(99)	100/ 4	(124)	90/ 0
(76)	100/100	(100)	100/ 56	(125)	100/ 10
(77)	100/ 89	(101)	100/ 78	(127)	88/ 25
(78)	100/100	(102)	100/100	(128)	100/100
(79)	100/100	(103)	100/ 22	(129)	89/ 0
(80)	88/ 0	(104)	100/ 60	(130)	100/100
(81)	100/ 88	(105)	100/ 40	(131)	88/ 0
(82)	100/100	(106)	100/100	(132)	100/ 78
(83)	100/ 88	(107)	100/ 89	(133)	100/100
(84)	100/100	(108)	100/ 78	(134)	100/ 13
(85)	100/100	(109)	100/-78	(135)	100/ 78
(86)	87/ 78	(110)	100/ 50	(136)	100/ 0
(87)	100/ 88	(112)	92/ 10	(137)	100/ 0
(88)	100/ 63	(113)	94/ 10	無処理	0/ 0
(89)	100/100	(114)	100/ 10		
(90)	100/100	(115)	100/100	}	

試験例2 ヒメトピウンカに対する効果

製剤例1に準じて調整した供試化合物の乳剤を50ppmに希釈し、この希釈液に5葉期前後の稲苗を浸漬し、薬液を吸収させた後、風乾し、底部に少量の水を入れた試験管に保持した。その試験管内にヒメトビウンカ(Laodelphax striatellus)成虫を10頭ずつ 接種し、25℃で保持した。処理48時間後に殺虫率(%)を求めた。その結果を第Ⅳ表に示した。

第一下表

化合物 番 号	殺虫率 (%)	化合物番号	殺虫率 (%)
(1)	100	(24)	80
(4)	80	(26)	90
(6)	80	(29)	100
(7)	100	(31)	95
(8)	100	(45)	95
(9)	100	(47)	95
(10)	100	(48)	100
(12)	90	(50)	100
(13)	90	(51)	100
(19)	85	(65)	100
(20)	100	(67)	85
(21)	85	(68)	100
(22)	80	(72)	100

化合物 番 号	殺虫率 (%)	化合物 番 号	殺虫率 (%)
(73)	100	(87)	100
(75)	75	(88)	100
(76)	95	(89)	100
(77)	85	(90)	.100
(78)	80	(92)	90
(79)	95	(93)	80
(80)	85	(94)	85
(81)	100	(97)	95
(82)	100	(103)	85
(83)	95	(109)	95
(84)	95	(115)	90
(85)	100	(126)	80
(86)	80	無処理	0

(続く)

試験例3 ハスモンヨトウに対する効果

直径9 cmのシャーレの底部と上部に、それぞれ口紙を敷、これに製剤例2で示した供試化合物水和剤の100pm 希釈液2 wを均一にピペットで滴下する。上部の口紙上には、あらかじめ人工餌を添付しておく。約1時間放置し、口紙が適度に乾燥したならば、底部にハスモンヨトウ(Spodoptera litura)1合幼虫を10頭ずつ接種して、25℃に保持した。処理48時間後に殺虫率(%)を調査した。その結果を第V表に示した。

第 V 妻

化合物 番 号	殺虫率 (%)	化合物 番 号	段虫率 (%)
(1)	100 .	(64)	100
(2)	80	(65)	80
(3)	100	(68)	. 100
(7)	100	(69)	100
(8)	. 100	(72)	95
(9)	100	(73)	90
(10)	100	(75)	100
(12)	93	(76)	9,5
(20)	85	(77)	100
(21)	100	(78)	80
(22)	95	(81)	100
(29)	100	(82)	100
(31)	100	(83)	80
(45)	85	(109)	95
(48)	95	(130)	95
(51)	100	無処理	0

試験例4 コナガに対する効果

あらかじめアイスクリームカップに芽出しした大根を用意し、これにコナガ(Piuteila xylostella)の3令幼虫を接種した。散布筒を用いて製剤例1に準じて調製した供試化合物の乳剤の水希釈液(250ppm)を、ガラススプレーにて2点散布した。薬液処理後3日目に調査を行い、殺虫率(%)を求めた。なお、供試虫数は1区当たり10頭とした。その結果を第17表に示した。

氧 VI 妻

化合物 号	段虫率 (%)	化合物 番 号	秋虫率 (%)
(1)	100	(29)	100
(2)	100	(30)	98
(4)	97	(31)	100
(5)	100	(34)	100
(6)	80	(35)	91
· (7)	100 .	(36)	91
(9)	100	(37)	89
(10)	98	. (41)	97
(14)	100	(45)	98
(15)	92	(46)	100
(16)	98	(51)	99
(18)	100	(53)	92
(19)	96	(54)	97
(20)	100	(56)	. 95
(21)	97	(58)	96
(22)	100	(59)	84
- (23)	100	(64)	100
(24)	97	(65)	97
(26)	81	(66)	100
(27)	97	(68)	76

(統き)

化合物 番 号	殺虫率 (%)	化合物番 号	殺虫率 (%)
(72)	89	(103)	89
(73)	95	(106)	100
(76)	92	(107)	100
(78)	94	(108)	100
(88)	97	(109)	100
(89)	96	(110)	92
(90)_	95	(114)	85
(93)	96	(115)	96
(96)	100	(128)	97
(99)	95	(129)	87
(101)	94	(130)	100
(102)	88	無処理	0

試験例5 各種害虫に対する活性比較試験

製剤例 2 に準じて調製した供試化合物水和剤をヒメトピウンカ (5 0 ppm)、ハスモンヨトウ (1 0 0 ppm)、コナガ (2 5 0、1 2 5 ppm)、ミカンハダニ (2 5 0 ppm)に処理し、殺虫率および殺卵率を調査した。その結果を第VI 表に示した。

				,	
	ミカンハダニ	#463489	AXEVE P	4 5	Ä
	施用機度 250 ppm	施用強度 50 ppm	施用過度 100 ppm	施用濃度 250 pp■	格用嶺B 125 ppm
·	段明率1	我虫事 (1)	数虫率 (1)) -	段虫率 (1)
本発明になる化合物(10)	100/100	100	100	86	85
比較例 (例示化合物加2)	0 / 0	0	0	35	10

(発明の効果)

本発明化合物は、野菜、果樹、稲等を食害する鱗 翅目害虫、半翅目害虫、ハダニ類に優れた効果、と りわけ高い段卵効果を有するものである。

代理人 清 水



ほか1名